

Zadání bakalářské práce

Student: **Antonín Samek**
Studijní program: B2109 Metalurgické inženýrství
Studijní obor: 2109R035 Technologie výroby kovů
Téma: **Posouzení moderních metod měření a odběru vzorků
metalurgických tavenin**
**Assessment of Modern Methods for the Measurement and Sampling
of Metallurgical Melts**

Zásady pro vypracování:

1. Charakteristika výroby oceli se zaměřením na používané metody měření metalurgických tavenin
2. Posouzení moderních metod měření a způsoby odběru vzorků z metalurgických tavenin se zaměřením na provozní aplikace a klíčové vlastnosti jednotlivých metod
3. Zhodnocení a použití jednotlivých metod měření a jejich kritické posouzení
4. Závěr

Seznam doporučené odborné literatury:

- [1] Články z odborných časopisů fondu Ústřední knihovny VŠB-TU Ostrava, jako např. *Hutnické listy*, *Iron & Steel Technology*, *ISIJ International*, *Metallurgical and Materials Transaction*, *Revue de Métallurgie*, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, *Stahl und Eisen*, *Steel Research International* aj.
- [2] Články z vědeckých publikací získaných pomocí e-zdrojů a odborných databází, jako např. *SpringerLink*, *ISI WOK*, *Scopus*, *Metal* aj.
- [3] Sborníky z konferencí, jako např. *SteelSim*, *ISSTech*, *METAL* aj.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Ladislav Socha, Ph.D.**

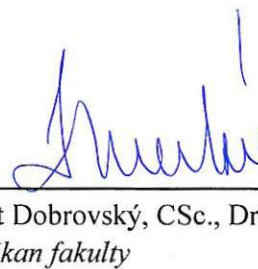
Konzultant bakalářské práce: Ing. Petr Burda

Datum zadání: 30.11.2010

Datum odevzdání: 13.05.2011



prof. Ing. Karel Michalek, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty

Zásady pro vypracování bakalářské práce

I.

Bakalářskou prací (dále jen BP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání bakalářské práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 5. Obsah BP |
| 2. Zásady pro vypracování BP | 6. Textová část BP |
| 3. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 7. Seznam použité literatury |
| 4. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | 8. Přílohy |

ad 1) Titulním listem je originál zadání BP, který student obdrží na své oborové katedře.

ad 2) Tyto „Zásady pro vypracování bakalářské práce“ následují za titulním listem.

ad 3) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listě (student jej obdrží na své oborové katedře) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání BP. *V případě, že BP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním BP.*

ad 4) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listě česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 5) Obsah BP se uvádí na zvláštním listě. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části BP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 6) Textová část BP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním BP;
- Vlastní rozpracování BP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků BP z hlediska stanoveného zadání.

BP nemusí obsahovat experimentální (aplikační) část.

BP bude zpracována v rozsahu min. 25 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury).

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující **doporučené** úpravy - písmo Times New Roman (nebo podobné) 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 8).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost.

U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury.

Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

ad 7) BP bude obsahovat alespoň 10 literárních odkazů, z toho nejméně 3 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. **Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690.** Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu BP.

ad 8) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části, např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Bakalářskou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahore: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *BAKALÁŘSKÁ PRÁCE*


dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON včetně abstraktu a klíčových slov v češtině a angličtině.

IV.

Bakalářská práce, která neodpovídá těmto zásadám, nemůže být přijata k obhajobě. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem bakalářského studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2009/2010.

Ostrava 30. 11. 2010


Prof. Ing. Ludvík Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- беру на ве́домі, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- беру на ве́домі, že odevzdáním své bakalářské práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě 13. 5. 2011

..... ANTONÍN SAMEK
podpis (jméno a příjmení studenta)

ABSTRAKT

Bakalářská práce je zaměřena na posouzení moderních metod měření a odběru vzorků metalurgických tavenin. Kvalita oceli je ovlivněna řadou specifických faktorů, mezi něž patří teplota taveniny, obsah plynu v oceli a chemické složení. Tyto faktory jsou měřeny a analyzovány moderními metodami, které jsou popsány v této bakalářské práci. V závěru jsou jednotlivé metody zhodnoceny a kriticky posouzeny.

Klíčová slova: měření, teplota, tekutá ocel, vodík, dusík, kyslík, kvalita oceli

ABSTRACT

The bachelor thesis is focused on the assessment of modern methods of measurement and sampling of metallurgical melts. The quality of steel is influenced by a number of specific factors including melt temperature, gas content in the steel and chemical composition. These factors are measured and analyzed with modern methods, which are described in this thesis. At the end of the thesis each method is evaluated and critically assessed.

Key words: measurement, temperature, liquid steel, hydrogen, nitrogen, oxygen, steel quality

PODĚKOVÁNÍ

V úvodu mé bakalářské práce bych chtěl poděkovat vedoucímu práce Ing. Ladislavu Sochovi, Ph.D. a konzultantovi Ing. Petrovi Burdovi za odborné vedení, věcné připomínky, příjemnou spolupráci, vstřícnost a pomoc při tvorbě této bakalářské práce.

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

Označení	Popis
TŽ, a.s.	Třinecké železářny, a.s.
LD	Kyslíkový konvertor typu LD (Linz-Donawitz)
SHIP	Stanice homogenizace inertním plynem
LF	Pánvová pec typu LF (Ladle Furnace)
RH	Vakuovací stanice typu RH (Ruhrstahl Heraeus)
ZPO	Zařízení plynulého odlévání oceli
HYDRIS	Přístroj pro měření obsahu vodíku v oceli
NITRIS	Přístroj pro měření obsahu dusíku v oceli
LECO	Analyzátor plynu v oceli
T.O.S.	Přístroj pro odběr vzorku (Total Oxygen Sampler)
IR-UT	Zařízení pro chemický ohřev
SUBLANCE	Automat pro odběr vzorku

OBSAH

ÚVOD	1
1 CHARAKTERISTIKA VÝROBY OCELI A POUŽÍVANÉ METODY MĚŘENÍ METALURGICKÝCH TAVENIN	2
1.1 Technologie výroby oceli	2
2 URČOVÁNÍ FYZIKÁLNÍCH A CHEMICKÝCH VLASTNOSTÍ TAVENIN KOVŮ.....	4
2.1 Měření teploty tavenin kovu	4
2.2 Měření obsahu plynu v kovu.....	9
2.3 Odběr vzorku pro chemickou analýzu	14
3 ZPŮSOBY ODBĚRU VZORKŮ METALURGICKÝCH TAVENIN.....	16
3.1 Ruční odběr vzorku ponornou sondou	16
3.2 Ruční odběr vzorku do kokilky.....	17
3.3 Poloautomatický odběr vzorků	18
3.4 Automatický odběr vzorků	19
4 ZHODNOCENÍ POUŽÍVANÝCH METOD ODBĚRŮ A ANALÝZ VZORKŮ.....	21
4.1 Zhodnocení metod odběru vzorku	21
4.2 Zhodnocení metod měření	22
4.3 Zhodnocení vzorkovačů.....	23
5 ZÁVĚR.....	25
LITERATURA	27

ÚVOD

Ocel ve svých mnohočetných formách představuje významný konstrukční materiál, jehož výroba se koncentruje v integrovaných hutních provozech. Prvotní výrobní stádium začíná vysokopeční výrobou surového železa, na to navazuje provoz ocelárny a válcovny a získává se hotový polotovar, určený k dalšímu zpracování. Takovýmto podnikem s uzavřeným hutním cyklem jsou Třinecké železárny, a.s., kde se ocel vyrábí již od 70. let devatenáctého století. Od té doby se technologie ve všech fázích výroby neustále zlepšuje a modernizuje.

S ohledem na neustále se zvyšující požadavky na kvalitu oceli při zachování konkurenceschopnosti v tržním prostředí ocelářského průmyslu jsou prováděny zkoušky a měření na všech stupních výroby. Odběr vzorků je prováděn v pravidelných intervalech na jednotlivých výrobních agregátech. Odebrané vzorky jsou následně zasílány do zkušeben a laboratoří k chemické analýze. Na základě výsledků analýz jsou prováděny korekce ve všech fázích výroby, tzn. od vstupů, přes metalurgické taveniny až po finální produkt. Současný trend výroby oceli je zaměřen na kvalitní výrobu s nízkými náklady.

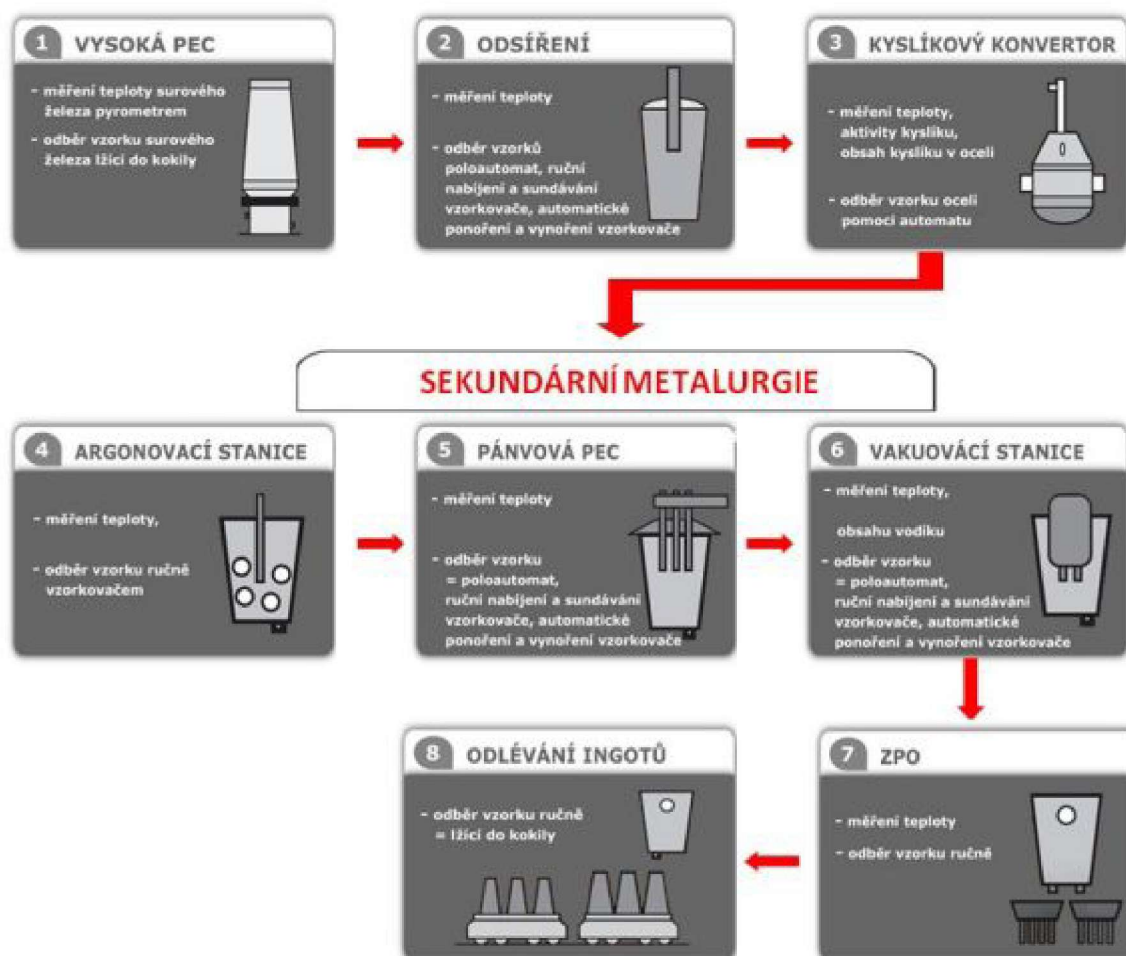
Hlavním cílem této bakalářské práce je posoudit současné moderní způsoby měření a odběr vzorků metalurgických tavenin a vyzdvihnout jejich klíčové vlastnosti. V práci jsou popsány možnosti měření teploty, způsoby odběru vzorků metalurgických tavenin a vybrané analýzy pro stanovování obsahu plynů v oceli. Na závěr jsou shrnuty výhody a nevýhody jednotlivých metod a jejich kritické posouzení.

1 CHARAKTERISTIKA VÝROBY OCELI A POUŽÍVANÉ METODY MĚŘENÍ METALURGICKÝCH TAVENIN

V moderním ocelářském průmyslu jsou neustále zvyšovány požadavky na kvalitu a čistotu oceli při dosažení co nejnižších výrobních nákladů. Průběžný odběr a analýza vzorků při výrobě oceli představuje účinný nástroj pro optimalizaci výroby s minimalizací nákladů. V první části této bakalářské práce je proto krátce charakterizována výroba a zpracování oceli na jednotlivých agregátech se zaměřením na způsob měření a odběr vzorků.

1.1 Technologie výroby oceli

V České republice má výroba oceli dlouholetou tradici a její roční produkce se pohybuje v rozmezí 6 až 7 mil. tun oceli. Typickým hutním podnikem jsou Třinecké železárny, a.s. (TŽ, a.s.) Na příkladu tohoto podniku je uveden postup výroby se zaměřením na odběr vzorků oceli na kyslíkové konvertorové ocelárně. Na **obr. 1** je uvedeno schéma technologického toku a způsoby měření a odběr vzorků.



Obr. 1: Schéma technologického toku se zaměřením na způsob odběru a měření

Prvním výrobním agregátem ve výrobním toku na kyslíkové konvertorové ocelárně je odsiřovací stanice, která slouží k odsiřování surového železa. Zpracování se provádí v nalévací pánvi, kde se prostřednictvím odsiřovací trysky fouká směs CaO a Mg s nosným plynem představující dusík. Na začátku a konci zpracování se odebírají vzorky taveniny se zaměřením na obsah síry a provádí se rovněž měření teploty.

Následuje výroba v kyslíkovém konvertoru typu LD (Linz-Donawitz). Vsázka do kyslíkového konvertoru se skládá z odsiřeného surového železa, tříděného ocelového odpadu a struskotvorných přísad. Výroba oceli v konvertoru je řízena modelem, který podle požadavku vypočítává jednotlivé přísady. Na konci zpracování se provede odběr vzorku oceli, strusky a změření teploty. Následuje odpich tavby do lící pánve za současného přidávání syntetické strusky, dezoxidace a legování tavby na požadované chemické složení. Ocel je v lící pánvi homogenizována spodem přes porézní tvárnici.

Další zpracování oceli probíhá na jednotlivých zařízeních sekundární metalurgie. Prvním agregátem mimopecního zpracování je homogenizační stanice (SHIP), kde je ocel homogenizována argonem pomocí horní trysky a porézní tvárnici spodem. Na tomto zařízení je dosaženo tepelné a chemické homogenity oceli. Po zpracování je odebrán vzorek taveniny, změřena teplota a aktivita kyslíku.

Dále následuje zpracování v pánvové peci (LF), kde probíhá ohřev oceli, její homogenizace spodním dmýcháním argonu, dosažení požadovaného chemického složení a docílení požadované teploty. Během zpracování se odebírají vzorky oceli a měří se teplota. U náročnějších značek se provádí měření aktivity kyslíku v oceli nebo stanovení obsahu FeO ve strusce.

Posledním zařízením sekundární metalurgie je vakuovací stanice (typu RH), která slouží k odstranění plynů z oceli (vodík, dusík), dolegování na požadované chemické složení a dosažení teploty oceli pro „výjezd tavby“ na zařízení plynulého odlévání (ZPO). Během vakuování také dochází ke zlepšení mikročistoty oceli.

Poslední krok představuje odlévání oceli na zařízení plynulého odlévání (ZPO), kdy dochází k odlévání do různých formátů. Výsledkem je polotovar představující sochorový nebo blokový předlitek. I při tomto finálním zpracování jsou odebírány vzorky oceli a je měřena teplota. V podmínkách TŽ, a.s. je prováděno také odlévání oceli do kokil, kdy výsledným polotovarem jsou ingoty. Také v průběhu tohoto zpracování jsou odebírány vzorky oceli a je měřena teplota [1].

2 URČOVÁNÍ FYZIKÁLNÍCH A CHEMICKÝCH VLASTNOSTÍ TAVENIN KOVŮ

V této kapitole jsou popsány metody měření teploty a dalších fyzikálních a chemických vlastností tavenin kovů v metalurgické praxi. Pozornost je věnována především termoelektrickým článkům, kombinovaným sondám, vzorkovačům pro odběr taveniny a možnostem bezkontaktního měření teploty pyrometry s ohledem na specifické podmínky v hutnictví.

Měření teploty taveniny, odběr vzorku pro zjištění chemického složení, znalost obsahu plynu v oceli patří mezi vybrané ukazatele sledované v celém průběhu výroby oceli a bez průběžných znalostí těchto ukazatelů by v praxi nebylo možné dosáhnout požadované kvality oceli.

2.1 Měření teploty tavenin kovu

Teplota je základní fyzikální veličinou a je to jeden z hlavních a kontrolních bodů při výrobě oceli. Teplota roztaveného kovu před odléváním musí být udržována v přesně stanovených požadovaných limitech. Měření roztaveného kovu musí být prováděno co nejpresněji, protože má velký vliv na kvalitu konečného výrobku. Pro většinu hutních procesů je teplota hlavní a rozhodující technologickou veličinou, která může mít výrazný vliv na kvalitu výroby, hospodárnost výroby a výkon jednotlivých hutních výrobních agregátů. Teplota taveniny se dá měřit těmito způsoby:

- *optické měření,*
- *termoelektrické měření,*
- *měření teploty ponornými sondami.*

Optické měření teploty roztaveného kovu je metoda, která nemůže zaručit stoprocentní přesnost. Navíc se takto dá změřit teplota pouze na povrchu kovu. Optické měření teploty patří mezi nejčastější způsoby měření teploty a provádí se měřením radiačními pyrometry. Princip tohoto způsobu měření spočívá v měření záření emitovaného měřeným tělesem. Různé materiály vyzařují v závislosti na vlnové délce a teplotě určité záření. Charakteristickou vlastností je emisivita – podíl intenzity vyzařování daného tělesa a intenzity vyzařování absolutně černého tělesa o téže teplotě [2].

Při bezkontaktním měření teploty pyrometrem ovlivňuje výsledek měření mnoho faktorů. Kromě vlastní přesnosti přístroje je to zejména přesnost měřící metody. Pyrometry

vyhodnocují teplotu na základě záření, které dopadá jeho vstupním objektivem na vyhodnocovací čidlo. Toto záření je součtem záření, které vydává měřené těleso, a odraženého záření všech okolních těles. Tento součet je dále ovlivňován transmitancí atmosféry, která bývá v prostředí sléváren a hutních provozů silně znečištěna hlavně oxidem uhličitým, vodou ve formě páry a velkým množstvím prachových částic.

Dalším a mnohdy rozhodujícím faktorem ovlivňujícím přesnost měření je emisivita povrchu tělesa. Pro některé materiály byla emisivita stanovena a lze ji najít v tabulkách. Problém je, že emisivita se u kovových materiálů při ohřátí mění a její nastavení je téměř vždy jen orientační [3].

Mezi další možnosti optického měření teploty patří *vícepásmové optické pyrometry*, které jsou určeny pro bezdotykové, kontinuální a automatické měření teploty roztavených a žhavých kovů i jiných materiálů (sklo, keramika apod.). Optický pyrometr měří intenzitu vyzařování v osmi spektrálních pásmech ve viditelné a blízké infračervené oblasti spektra s vysokou rychlostí odečtu v jednotlivých kanálech. Teplota je určována ze vzájemného poměru změřených signálů numerickým výpočtem podle speciálního algoritmu, který vychází z kalibračních měření na konkrétním materiálu. Výsledná teplota, včetně informace o její přesnosti, je stanovena na základě statistického zpracování mnoha měření v krátkém časovém intervalu.

Stanovením signálů v osmi spektrálních pásmech se získá podstatně více informací než v případě klasických jednopásmových a dvoupásmových pyrometrů, což umožňuje provádět korekce nebo eliminace hodnot, které byly získány v nepříznivých podmínkách.

Optický pyrometr se skládá z optické hlavy a skříně s optickou detekční a vyhodnocovací jednotkou. Optická hlava a vyhodnocovací jednotka jsou spojeny světlovodným kabelem. Vlastní hlava snímá optické záření emitované měřeným objektem. Záření je v optické hlavě navázáno do světlovodného kabelu. Pro nasazení ve velmi těžkých technologických provozech je možné optickou hlavu vybavit dvojitým pláštěm z nerezové oceli, který je chlazen stlačeným vzduchem. Stlačený vzduch se využívá i k vytváření velmi účinné protiprachové clony před vstupním oknem. Optickou hlavu je také možné osadit vstupním safírovým oknem, které spolehlivě chrání sběrnou optiku proti odletujícím žhavým okujím nebo kapkám roztaveného materiálu. Optickou hlavu je možné zaostřovat a z tohoto důvodu ji lze umístit v optimální vzdálenosti od měřeného objektu. Dále je vybavena vestavěným optickým hledáčkem, který umožňuje její přesné zaměření na požadované místo [4].

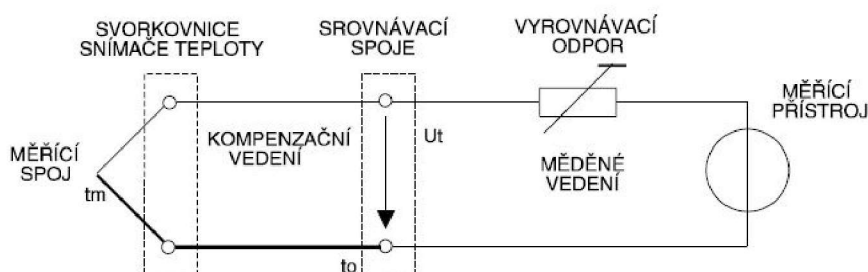
Světlovodný kabel spojuje optickou hlavu s optickou detekční a vyhodnocovací jednotkou. Podle konkrétní situace na měřicím místě je světlovodný kabel dodáván v potřebné délce (typicky 3 až 10 m). Proti mechanickému a tepelnému poškození v těžkých provozech je možné chránit světlovod speciálním dvojitém nerezovým pancéřovým pláštěm.

Optická detekční a vyhodnocovací jednotka obsahuje optický analyzátor a elektronickou jednotku. V optickém analyzátoru je citlivými fotodetektory stanoven signál v osmi spektrálních pásmech. Po zesílení nízko šumovými zesilovači jsou signály zdigitalizovány a vyhodnocovány. Základem elektronického vyhodnocovacího systému je počítač s programovým vybavením, které umožňuje řízení měření, sběr a statistické zpracování naměřených dat a následné vyhodnocení teploty [4].

Termoelektrické měření teploty je dalším způsobem měření teploty taveniny, které se osvědčilo jako nejlepší a nejpřesnější řešení pro získání skutečné teploty díky použití termočlánku ponořeného přímo do taveniny. Je to nejúspornější a účinný způsob, jak spolehlivě splnit požadovanou přesnost měření [2].

Měření teploty termočlánky je založeno na jevu, že v obvodu složeném ze dvou na konci spojených kovů z různých materiálů vzniká elektromotorické napětí. Jestliže spojené konce, které se vkládají do měřené teploty, jsou nazývány měřicí spoje, volné konce, na kterých měříme termoelektrické napětí, se nazývají srovnávací spoje. Tyto snímače teploty jsou určeny k měření vysokých teplot, a to až do $+2800^{\circ}\text{C}$ [5].

Na **obr. 2** jsou vyznačena jednotlivá funkční místa obvodu. Termoelektrické napětí U_t , jehož hodnota je úměrná rozdílu teploty t_m v místě měřicího spoje (teplý konec) a teploty t_o v místě srovnávacích spojů (studený konec), se přivádí kompenzačním vedením a měděným vedením na měřicí přístroj. Aby bylo možné každé hodnotě termoelektrického napětí přiřadit určitou teplotu, je třeba udržovat srovnávací spoje na známé a konstantní teplotě, tzv. teplotě vztažné.



Obr. 2: Schéma obvodu termoelektrického článku [5]

Materiály termoelektrických snímačů mají být odolné proti chemickým, mechanickým a korozním vlivům. Při výběru materiálu pro termoelektrický snímač je nutno splnit některé

základní požadavky. Především, aby se závislost termoelektrického napětí na teplotě blížila lineárnímu průběhu. Výstupní termoelektrické napětí má být co největší. Čím je hodnota napětí menší, tím je menší přesnost.

Materiál volíme z hlediska požadovaného rozsahu teplot a požadované přesnosti měření. Důležitá je též časová stálost, popř. střední doba životnosti snímače. Stálost charakteristiky má být s časem neproměnná. Tato podmínka se dá obzvlášť za vyšších podmínek těžko dodržet. Dochází k rekrystalizaci v místě spoje, popř. ke stárnutí. Snímače se pak musí obnovovat a občas přecejchovat. Byly sestaveny dvojice materiálů, které se ke konstrukci termoelektrických snímačů používají. Jejich parametry jsou uvedeny v normách. V české státní normě jsou cejchovní řady termoelektrických článků Fe-ko, ch-a (chromel-alumel), ch-k (chromal-kopel) a PtRh-Pt. Jsou v ní udány hodnoty napětí odstupňované po 10°C po vztažnou teplotu srovnávacího spoje 20°C. Pokud je teplota srovnávacího spoje jiná (např. 0 nebo 50°C) pak musíme hodnoty napětí přepočítat. U termoelektrických snímačů je třeba počítat s tím, že i snímače téhož druhu mohou mít různý původ a tedy i různé cejchovní řady, takže jejich charakteristiky jsou poněkud rozdílné. Rozdíl je dán složením použitých materiálů [5].

Pro zaručení dokonalého měření je nutno chránit termočlánek před mechanickým poškozením, erozí tuhými částicemi obsaženými v měřeném médiu a také před únikem agresivních atmosfér. Při měření teploty tekuté oceli dochází k problémům, protože při teplotách vyšších než 1600°C dochází k agresivním účinkům některých prvků obsažených v oceli a ve strusce – především síry. Vzhledem k tomu, že roztavená ocel je pokryta vrstvou strusky, která má vyšší teplotu než ocel, znesnadňuje měření tím, že se nalepuje na jakékoliv čidlo, s nímž přijde do styku. Tyto problémy vedly ke konstrukci tzv. ponorného termočlánku, který je schopen po určitou krátkou dobu měřit teplotu oceli a u kterého je možnost výměny teplého konce [6].

Měření teploty ponornými sondami je nejpoužívanější způsob, který se používá pro měření teploty taveniny kovu. Pro tyto účely slouží zejména ponorné sondy používané při ručním, poloautomatickém a automatickém způsobu měření taveniny. Také lze použít kombinovanou sondu pro měření teploty a odběru vzorku. Mezi světové výrobce ponorných sond pro měření teploty a odběr vzorků metalurgických tavenin patří tyto renomovaní výrobci:

- *ELECTRO – NITE,*
- *MINKON.Sampler Technik Gmb ,*
- *TERMOSONDY Kladno.*

Sondy jsou vyráběny ve více variantách, kde rozdělení či možnost použití je závislé na typu použitého termočlánku [7].

V roce 1885 představil Henri Le CHATELLIER platinový a platino-rhodiumový termočlánek používaný pro měření teploty v ocelářském průmyslu. Pozitivní drát se skládal z 90% z platiny a rhodium tvořilo 10% tohoto článku. Materiálem pro konstrukci negativního drátu byla ryzí platina. Toto složení termočlánku je dodnes používané ve velmi velkém měřítku. Tyto termočlánky jsou běžně používané pro měření teploty taveniny kovu v ocelářském a slévárenském průmyslu. Různé typy sond dle termočlánku jsou uvedeny v **tab. 1**.

Tab. 1: Typy ponorných sond dle termočlánku [2]

Pozitivní drát	Negativní drát	Typ sondy	Teplotní rozmezí
PtRh10%	Pt	S	od -50 °C do +1 767 °C
PtRh13%	Pt	R	od -50 °C do +1 767 °C
PtRh30%	PtRh6%	B	od 0 °C do +1 820 °C

Dalším typem používaného termočlánku je termočlánek typu K na bázi Ni a Cr (Ni-Cr), který je vhodný pro sondy měřící teplotu od - 40 do + 1 000 °C. Ačkoliv tabulkově je tento článek schopen měřit teploty přes 1 200 °C, projevuje se v této oblasti několik negativních jevů. Především je to větší rozptyl naměřených hodnot a také velmi prudké zkrácení životnosti měřící sondy. Proto jsou sondy s použitým termočlánkem typu K vhodné především pro slévárnictví barevných kovů a různá měření pomocí dotykových sond, např. měření teploty předehřátých pánví nebo chladnoucích odlitků. Proto sondy s tímto typem termočlánku nejsou používány při výrobě oceli [2, 7].

Termočlánky typu S a B jsou si velmi podobné. Oba jsou na bázi platiny a rhodia a liší se pouze vzájemným poměrem uvedených prvků a hodnotou teploty, kterou jsou schopny měřit. Článek typu S (Pt-PtRh10) měří teploty v rozsahu - 50 °C až + 1767 °C, článek typu B (PtRh6-PtRh30) umožňuje měřit teploty v rozmezí od 0 °C až +1820 °C [2].

Sondy s termočlánkem typu S jsou nejčastěji používanými čidly pro měření teploty tavenin kovů nad 900 °C. Tyto sondy se vyrábějí v provedení pro jednorázové měření, především v ocelářském průmyslu ve velkých a těžko dostupných agregátech, nebo v provedení pro opakované měření, které je vhodné pro menší slévárenské agregáty s lepším přístupem k tavenině, s možností odstranění strusky z povrchu taveniny a s teplotou lázně do 1500 °C. Při vyšší teplotě sonda sice měří, ale zkracuje se její životnost. Sondy všech výrobců mají v podstatě identický tvar, liší se pouze kvalitou vstupních surovin, zpracováním a cenou. Sondy s termočlánkem typu S jsou uvedeny na **obr. 3** [2, 7].



Obr. 3: Sondy termočláňku typu S [7]

Sondy s termočláňkem typu S a B určené pro kontinuální měření jsou stejně jako již zmiňované sondy s termočláňkem typu K vyráběny v různých délkách podle přání zákazníka a s ochrannými jímkami vhodnými pro daný agregát. Ponorné sondy s termočláňkem typu S a B mohou dosahovat v přesně definovaných podmínkách nejistoty měření dva kelviny [3].

2.2 Měření obsahu plynu v kovu

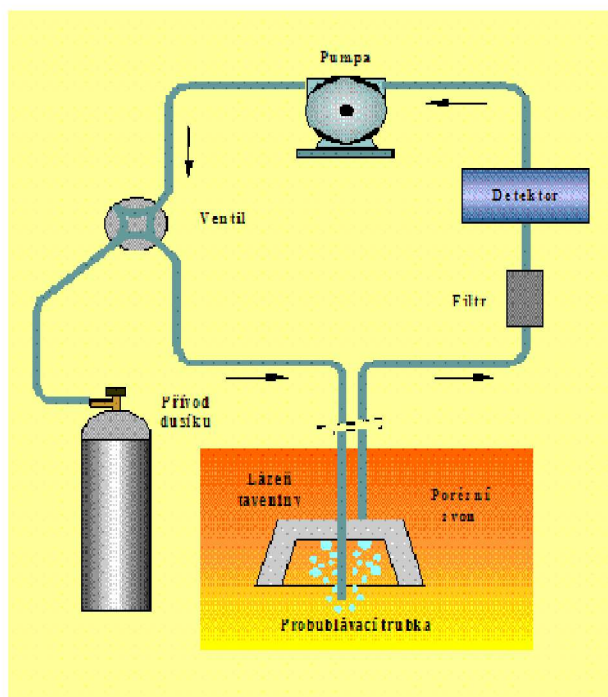
Při metalurgickém procesu dochází k rozpouštění plyných látek v tavenině, které je nutno odstranit. Mezi nejčastější rozpouštěné plyny patří vodík, dusík a kyslík. Stanovení jejich obsahu se v praxi provádí několika způsoby. Nejpoužívanější metody zjišťování obsahu jednotlivých plynů v kovu jsou popsány v této kapitole.

Měření obsahu vodíku je prováděno pomocí přístroje HYDRIS, který měří obsah vodíku v oceli. V současné době je tento způsob považován za nejlepší a nejrychlejší metodu stanovení obsahu vodíku v tavenině. Základní komponenty přístroje HYDRIS jsou:

- *procesorová jednotka, která ovládá pneumatický systém a zobrazuje naměřené výsledky o obsahu vodíku,*
- *pneumatický systém pro cirkulaci nosného plynu a měření vodíku pomocí detektoru tepelné vodivosti,*
- *kabel rozhraní pro komunikaci mezi procesorovou a pneumatickou jednotkou,*
- *pneumatický kabel tvořící spojení mezi pneumatickou jednotkou a měřicí tyčí,*
- *měřicí tyč určená k ponoření sondy do ocelové lázně,*
- *sonda pro jednorázové použití.*

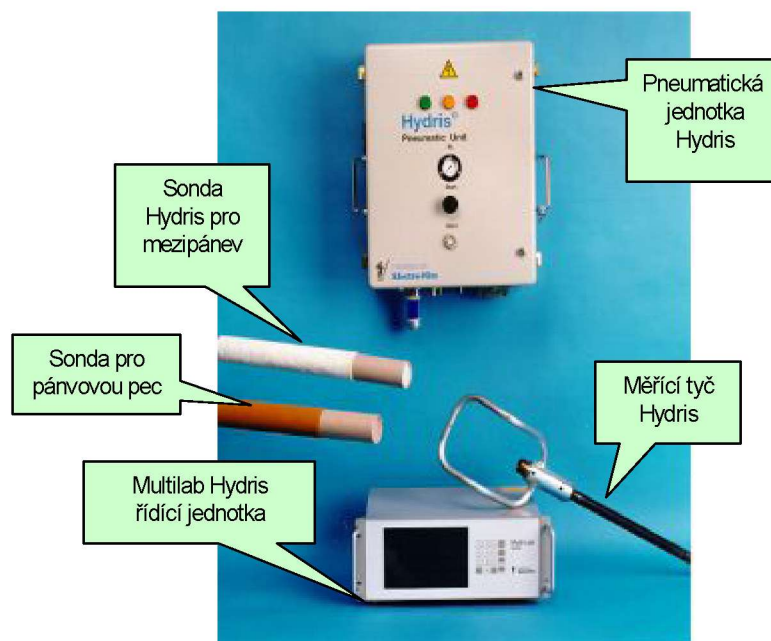
Princip měření je rozdělen do několika kroků. První krok měření spočívá v tom, že nosný plyn dusík je vháněn do taveniny (jak přes sací stranu, tak přes výtlačnou stranu) s cílem odstranit ze sondy co nejvíce částic strusky a zbytkové vlhkosti, poté je dusík získáván zpět z oceli, po krátký interval však necirkuluje, aby bylo umožněno další pročištění

systému. Samotné měření probíhá tak, že dusík recirkuluje přes taveninu a obsah vodíku je nepřetržitě měřen detektorem tepelné vodivosti, což je zobrazeno na **obr. 4**.



Obr. 4: Princip měření přístroje HYDRIS [8]

Při dosažení rovnováhy mezi vodíkem v tavenině a obsahem vodíku v plynu se měření zastaví a vyhodnotí. Celý cyklus měření netrvá déle než 30 s a je prováděn díky součinnosti všech komponent přístroje HYDRIS, jehož základní komponenty jsou uvedeny na **obr. 5** [8].



Obr. 5: Základní komponenty přístroje HYDRIS [8]

Obsah vodíku je analyzován detektorem tepelné vodivosti. V důsledku vysoké tepelné vodivosti vodíku lze snadno měřit jeho parciální tlak. Parciální tlak vodíku se přepočítá na obsah vodíku v tavenině dle Sievertsova zákona, který je dán rovnicí (1):

$$H = \frac{K}{f \cdot \sqrt{pH_2}} \quad (1)$$

kde: H je obsah vodíku (ppm),

pH_2 - parciální tlak vodíku (hPa),

K - rovnovážná konstanta reakce (1),

f - koeficient aktivity vodíku (1).

Z technických parametrů je kladen důraz na čistotu přiváděného dusíku, který by měl mít čistotu alespoň 99,99%, nesmí obsahovat zbytky vodíku a argonu, musí být suchý a čistý. Vstupní tlak plynu by měl být minimálně 6 až 8 atmosfér (0,6 - 0,8 MPa). Spotřeba plynu dusíku je 2 m³ na 300 měření [8, 11].

Struktura a mechanické vlastnosti oceli jsou silně ovlivněny množstvím intersticiálně rozpuštěného dusíku a nitridy mikrolegujících kovů. Proto je kontrola obsahu dusíku velice důležitá. Při zpracování tekuté oceli se obsah dusíku může měnit podle množství použitých legujících prvků, bublin plynu ze styku se vzduchem nebo při vakuování.

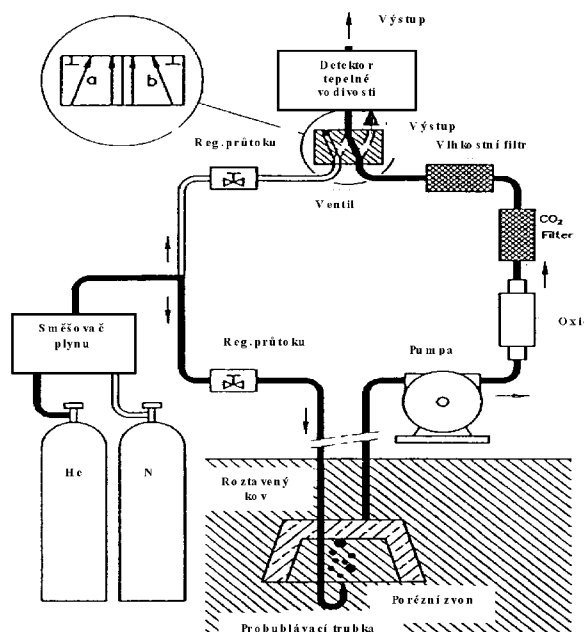
Přímé měření obsahu dusíku v tavenině je prováděno pomocí přístroje NITRIS, který vyvinula společnost Heraeus Elektro-Nite. Další možností je stanovení obsahu dusíku v odebraných vzorcích oceli pomocí přístroje LECO.

Termoevoluční analyzátor firmy LECO typ TC-300 je na mikroprocesoru založený, softwarově řízený přístroj ke stanovení obsahu dusíku. Analyzátor pracuje na principu tepelné vodivosti plynu, tzn. zcela detekuje rozdíly v tepelné vodivosti plynů. Nosným plynem je helium, protože má výrazně rozdílnou tepelnou vodivost od dusíku. Vzorek oceli je spalován v grafitovém kelímku, umístěném v peci mezi dvěma elektrodami. Grafitovým kelímkem prochází vysoký proud a vzniklé teplo uvolní plyny ze vzorku, které jsou nosným plynem unášeny do teplotně vodivostní cely. Samotné měření obsahu dusíku se provádí v tepelně vodivostní cele a je založeno na principu srovnávání odporu v měřicí komoře a referenční komoře. Referenční komorou prochází pouze helium a měřicí komorou proudí vzniklá směsice plynu helia a dusíku. Ke změně odporu dochází tím, že dusík „odebírá“ teplo. Tato změna odporu je přímo úměrná množství dusíku. Výsledná hodnota je uvedena na displeji přístroje v hmotnostních procentech [9, 12].

Rychlejší metodou stanovení obsahu dusíku v kovu je metoda měření pomocí zařízení NITRIS, které je svou skladbou podobné zařízení HYDRIS. Při měření přístrojem NITRIS je dusík nosným plynem heliem absorbován jen pomalu. Měření rovnovážného stavu jako u systému HYDRIS by vyžadovalo nepříjemně dlouhou dobu měření. Tento problém byl překonán zrychlenou rovnovážnou metodou spočívající v nastavení nosného plynu a taveniny do dusíkové rovnováhy. Komponenty přístroje NITRIS tvoří:

- *procesorová jednotka, která řídí pneumatický systém a zobrazuje hodnoty obsahu dusíku,*
- *pneumatický systém zahrnující pneumatickou jednotku (pro cirkulaci a měření obsahu dusíku) a oxidační pec,*
- *sériový kabel rozhraní pro potřeby komunikace mezi Multilabem NITRIS (mozek přístroje) a pneumatickým systémem,*
- *pneumatický kabel jako spojení mezi pneumatickou jednotkou a měřicí tyčí,*
- *měřicí tyč pro ponor sondy do ocelové lázně,*
- *sonda pro jednorázové použití.*

Vlastní měření přístrojem NITRIS spočívá v tom, že mezi taveninou a pneumatickou jednotkou cirkuluje směs nosných plynů (helia a dusíku). Princip měření přístrojem NITRIS je založen na vhánění nosného plynu - helia do lázně, při průchodu taveninou tento nosný plyn shromažďuje (sbírá) určité množství dusíku rozpuštěného v tavenině. Na základě množství absorbovaného dusíku se vypočítá směs plynu stanovující dusíkovou rovnováhu. Systém NITRIS je schematicky znázorněn na **obr. 6**.



Obr. 6: Systém NITRIS pro měření obsahu dusíku v oceli [10]

Vybraná směs plynu je současně vháněna do detektoru tepelné vodivosti a přes sondu do taveniny. Na konci tohoto kroku se obsah dusíku ve výsledném plynu porovná s obsahem dusíku v referenčním plynu. Je-li rozdíl malý, je tím obsah dusíku určen. Pokud tomu tak není, je zapotřebí provést třetí kroku.

Na základě předchozího kroku se vypočítá nová směs plynu. Mezi novým referenčním plynem a výsledným plynem se provede nové srovnání. Je-li rozdíl malý, zobrazí se obsah dusíku. V opačném případě se měření zastaví [10].

Analýza obsahu dusíku se provádí detektorem tepelné vodivosti. Parciální tlak dusíku se převede na obsah dusíku v tavenině dle Sievertsova zákona, který je dán rovnicí (2).

$$N = \frac{K}{f \cdot \sqrt{pN_2}} \quad (2)$$

kde: N je obsah dusíku (ppm),

pN_2 - parciální tlak dusíku (hPa),

K - rovnovážná konstanta reakce (1),

f - koeficient aktivity dusíku (1).

Z technických parametrů je velice důležité správné nastavení složení směsi plynu, které je závislé na očekávaných hodnotách obsahu dusíku. V případě, že je předpokládán obsah dusíku menší než 60 ppm, je nutno nastavit směs plynu ve složení He + 3% N₂. Pokud je očekáván obsah dusíku v rozmezí 60 – 110 ppm, je nutno nastavit směs plynu ve složení He + 10% N₂ a v případě obsahu většího než 120 ppm, plynem je 100% N₂. Velice důležitá je čistota plynu u helia i ve směsi helium + dusík, musí být alespoň 99,999%. Vstupní tlak plynu nesmí být menší než 6 atmosfér (0,6 MPa). Spotřeba plynu helia je 2 m³ na 100 měření [10].

Měření obsahu kyslíku v tavenině je prováděno několika způsoby. Standardní metodou pro stanovení obsahu kyslíku v kovu se používá odběr pevného vzorku do měděné kokilky (viz kapitola 3.2) a následná analýza v laboratoři. Pro stanovení obsahu kyslíku v kovu v laboratoři se používá zařízení LECO s označením TC-300. Přístroj TC-300 je na mikroprocesoru založený, softwarově řízený přístroj ke stanovení obsahu kyslíku ze vzorku.

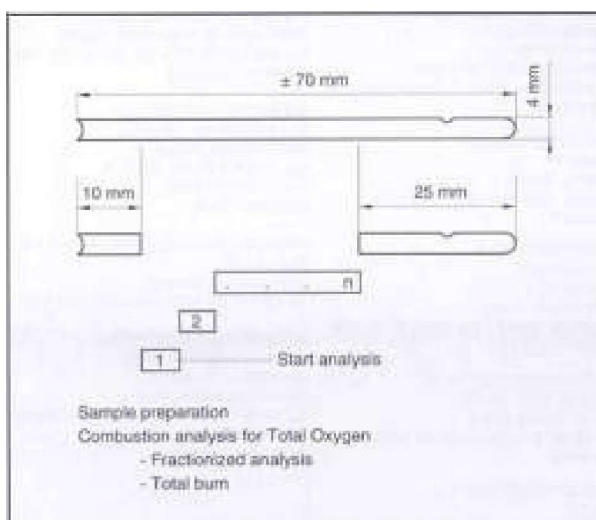
Samotné měření přístrojem TC-300 začíná s prázdným grafitovým kelímkem umístěným v peci mezi dvěma elektrodami. Kelímek je zbaven všech zbytků vzduchu – vysoký proud, který jím prochází, ho zahřeje na vysokou teplotu, při níž se uvolní plyny zachycené v grafitu. Tento proces se nazývá odplynění. Pak se do kelímku spouštěcím mechanismem spustí vzorek. Kelímkem opět prochází vysoký proud, čímž se uvolní plyny ze vzorku. Aby během analýzy nedocházelo k dalšímu odplynění kelímku, je pro analýzu použit

poněkud nižší proud. Kyslík ze vzorku se váže s uhlíkem z kelímku na monoxid uhlíku. Při vysokých obsazích kyslíku vzniká i malé množství dioxidu uhlíku. Při měření kyslíku plyn ze vzorku prochází vyhřívaným oxidem měďnatým na nosiči ze vzácných zemin, který převádí monoxid uhlíku na dioxid. Plyn pak prochází infračervenou celou pro CO_2 , která detekuje množství dioxidu v plynu ze vzorku [12].

Další způsob měření obsahu kyslíku je prováděn pomocí přístroje T.O.S. – Total Oxygen Sampler. Měření obsahu kyslíku přístrojem T.O.S. spočívá v odběru vzorku pomocí jednorázové sondy a pneumatické jednotky. Vlastní odběr vzorku je realizován inertním plynem – argonem, ponořením vzorkovače a nasátím tekutého kovu pod hladinou oceli. Mezi komponenty přístroje T.O.S. patří:

- *operační jednotka,*
- *hadice napojená na kopí pro ponor do taveniny,*
- *přípojka pro inertní plyn – argon (tlak 0,5 – 0,7 MPa),*

Měření se provádí tak, že se jednorázová sonda pro odběr vzorku nasadí na kopí, ponoří do taveniny, kde je nasávána ocel, a po světelném signálu na řídicí jednotce se kopí vytáhne. Po vytažení se odstraní sonda z kopí a vytáhne finální vzorek, který má tvar tyčinky, jak je vidět na **obr. 7** [12, 13]. Tato tyčinka se pak analyzuje na obsah kyslíku přístrojem LECO.



Obr. 7: Vzorek - tyčinka [14]

2.3 Odběr vzorku pro chemickou analýzu

Odběr pevného vzorku pro chemickou analýzu je prováděn téměř na všech stanovištích výroby oceli. Způsoby a možnosti odběru vzorku jsou podrobně popsány

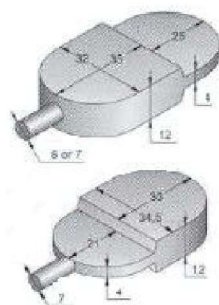
v kapitole 3. V této části je pozornost věnována moderním možnostem odběru vzorku z taveniny.

Mezi současné moderní metody odběru vzorku taveniny patří odběr vzorku ponornými vzorkovači. Mezi renomované výrobce ponorných vzorkovačů, které se používají v TŽ, a.s., patří tyto společnosti: Heraeus Electro-Nite, MINKO Sampler Technik GmbH a Termosondy Kladno [7, 15]. Všichni tito výrobci nabízejí ponorné vzorkovače (sondy) dělané na míru pro různé typy roztavených metalurgických tavenin, či měření obsahu plyných prvků v tavenině. Společnost MINKO Sampler Technik GmbH poskytuje více než 1 000 různých typů vzorkovačů. Tyto sondy jsou vyráběny v několika variantách. Standardní rozdělení sond je pro:

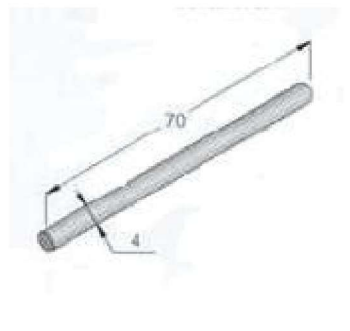
- *měření teploty,*
- *měření aktivity kyslíku,*
- *odběr strusky,*
- *obsah vodíku a dusíku,*
- *kombinované sondy,*
- *sondy pro odběr vzorků.*

V praxi jsou používány všechny typy sond, nejvíce však kombinované sondy, které jsou schopny změřit teplotu a zároveň odebrat vzorek taveniny.

Ponorná sonda pro ruční odběr vzorku je zobrazena na **obr. 10**. Na **obr. 11** je uvedena ukázka vzorku po nasátí a ztuhnutí, který je následně potrubní poštou odeslán k analýze. V praxi se nejčastěji odebírají vzorky typu kokilka, jak je vidět na **obr. 3** nebo vzorky Disk-pin viz **obr. 8**. Tvar vzorku závisí na typu použité sondy. Z přístroje T.O.S. je vzorkem tyčinka o průměru cca 4 mm a délce 70 mm, která je zobrazena na **obr. 9**, z níž jsou v laboratoři z každé zkoušky připraveny minimálně dva vzorky o hmotnosti 1 až 3 g k analýze.



Obr. 8: Vzorky Disk–pin [16]



Obr. 9: Vzorek (tyčinka) z přístroje T.O.S. [16]

3 ZPŮSOBY ODBĚRU VZORKŮ METALURGICKÝCH TAVENIN

V uvedené kapitole jsou popsány metody měření a způsoby odběru vzorků metalurgických tavenin používaných v Třineckých Železárnách, a.s. (TŽ, a.s.). Vzorky metalurgických tavenin lze odebírat několika způsoby:

- *ručně – ponornou sondou,*
- *ručně do kokilky,*
- *poloautomaticky,*
- *automaticky.*

3.1 Ruční odběr vzorku ponornou sondou

Na stanovištích, kde nelze zajistit odběr pomocí automatu nebo poloautomatu z důvodu nevhodného uspořádání výrobního agregátu a tím nedostatkem místa pro instalaci automatického zařízení, je nutno provádět proces odběru metalurgických tavenin ručně. Ruční odběr vzorku se provádí na stanici sekundární metalurgie - stanice homogenizace inertním plynem (SHIP) a na zařízení plynulého odlévání (ZPO).

Celý proces odběru vzorku je popsán na podtlakovém systému odběru vzorku na ZPO. Odběr vzorku je prováděn pomocí podtlakové tyče a ponorné sondy – vzorkovače. Ponorná sonda zobrazena na **obr. 10** je složena z několika částí:

- *z papírové trubice, která se nasazuje na vzorkovací tyč,*
- *z kokilky,*
- *z křemičité trubičky pro nasátí vzorku, která je zakryta víčkem proti nasátí strusky během ponoru.*



Obr. 10: Ponorná sonda

Papírová trubice drží kovovou kokilku pro odběr vzorku po hromadě. Kokilka je složena ze dvou stejných kovových částí, které se nazývají chladítka. Tato chladítka, jak je vidět na **obr. 11**, dávají vzorku výsledný tvar.

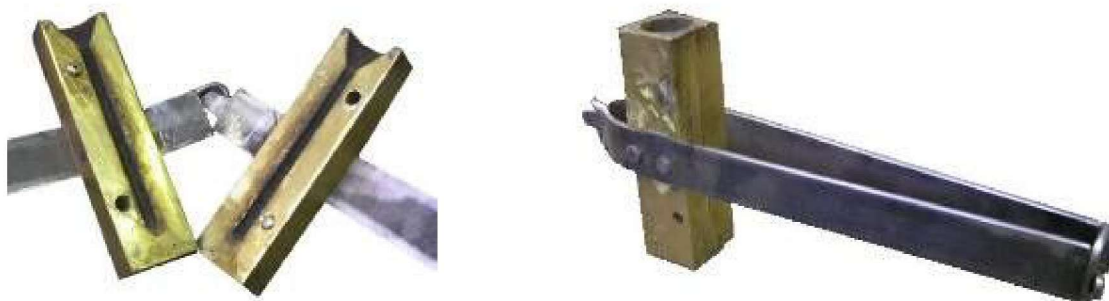


Obr. 11: Kokilka, vzorek a plechová sponka

Celý proces odběru se skládá z několika úkonů. Nejprve se nasadí vzorkovač na ponornou tyč, pustí se vzduch a tím se vytvoří tak podtlak ve vzorkovací tyči. Ta se ponoří do taveniny a po roztavení plechové sponky dojde k nasátí vzorku oceli do kokilky působením vzniklého podtlaku. Samotný proces odběru vzorku (nasátí oceli do vzorkovače) trvá cca 6 s. Poté se tyč z taveniny vytáhne, odstraní se chladítka, na odebraný vzorek se vyrazí číslo a potrubní poštou odešle do laboratoře na chemickou analýzu.

3.2 Ruční odběr vzorku do kokilky

Ruční odběr vzorku do měděné kokilky je další možností ručního odběru vzorku. Tento způsob odběru se používá zejména na stanici odlévání do kokil, protože je to technicky jediný způsob odběru. Tento princip ručního odběru vzorku pomocí naběračky se skládá z nabrání tekutého kovu a nalití do měděné kokilky zobrazené na **obr. 12** [14, 17] a používá pro stanovení obsahu vodíku, kyslíku nebo dusíku v tavně.



Obr. 12: Kokilka k odběru vzorku pro stanovení obsahu H, N a O [14]

Před odebráním vzorku do kokilky musí být vždy provedeno promíchání neboli homogenizace lázně. Promíchávání se provádí pomocí hřebel a následuje profouknutí plynem, nejčastěji argonem [17].

Ponor lžíce do taveniny má dvě fáze. První fáze je tzv. ostruskování – kontakt lžíce a strusky, která lžici „obalí“ a tím nedochází k natavení lžíce, díky teplotě strusky se vyrovnají teploty kovu a okolí. Vzorek nesmí být struskou znečištěn, proto se struska stahuje nebo se část odlije zpět do lázně.

Odběr vzorku hotové tavby je podobný, ale nelze provést tzv. ostruskování. Pro tuto operaci se lžíce natírá „kokilovým nátěrem“ a poté následuje nutné předeřtí. Vzorek je odebírán v průběhu odlévání v místě výpusti u dna pánve [18].

Po nabrání vzorku taveniny do lžíce se tavenina nalije do tzv. kokilky a vzorek se nechá ztuhnout. Tuhnutí je postupné, začíná u stěn a pokračuje do středu. S klesající teplotou stoupá rychlost ochlazování. Pokud je vzorek prudce ochlazen, může dojít k jeho popraskání a následnému znehodnocení, což je způsobeno vnitřním pnutím.

Postupné ochlazování se provádí vzduchem nebo vodou a posílá se do laboratoře na rozbor potrubní poštou. Standardní vzorek musí mít minimálně 50 mm, musí být označen, nesmí mít staženinu a v průběhu odběru nesmí dojít k tzv. přelití vzorku [17, 18].

Správnost výsledku je závislá na preciznosti provedení odběru vzorku, zejména dodržení přesného pracovního postupu při odběru a čistotě nářadí.

Kokilky pro odběr vzorků jsou vyrobeny z mědi, litiny nebo oceli. Tvar je buď kulatý, nebo hranatý – čtvercový, který je nevýhodný z hlediska tuhnutí vzorku, kdy mohou vznikat trhliny.

3.3 Poloautomatický odběr vzorků

Dalším způsobem odběru vzorku je poloautomatický odběr vzorku prováděný na výrobních agregátech, kde je technicky možná instalace poloautomatického zařízení. Mezi výrobní agregáty, kde se používá poloautomatický odběr vzorku, patří stanice mimopecního odsíření, vakuovací stanice typu RH, stanice chemického ohřevu taveniny IR-UT a pánvová pec LF.

Princip poloautomatického odběru spočívá v ručním nasazení sondy na vzorkovací tyč a následném automatickém zasunutí tyče se sondou pro odběr vzorku do taveniny. Jak už sám název napovídá, poloautomatický odběr je kombinací automatu a člověka, kdy základní manipulace, tj. nabíjení (nasazení vzorkovače na odběrovou tyč) a sundávání je prováděno

manuálně člověkem. Sondy pro odběr vzorku jsou uloženy ve speciálních boxech na plošinách jednotlivých zařízení.

Jednoduchost tohoto způsobu odběru vzorku spočívá v tom, že člověk nasadí sondu pro odběr vzorku na ponornou tyč, která sjede do lázně a odebere vzorek taveniny. Vše záleží na zvoleném typu ponorné sondy a na požadavku, co je třeba provést. Jednou z možností je také použít kombinovanou sondu, která současně změří teplotu a odebere vzorek.

Po odběru vzorku v tavenině se ručně provede stáhnutí ponorného vzorkovače (sondy) z měřicí tyče a uvolní se vzorek z kovového obalu - chladítek. Do provozní laboratoře se odešle odebraný vzorek potrubní poštou s číslem tavby na chemickou analýzu.

3.4 Automatický odběr vzorků

Plně automatizované odebírání vzorku je nejdokonalejším způsobem odběru prováděným pomocí automatu s názvem SUBLANCE, což je název pro automat odebírající vzorky automaticky i metoda odběru vzorků metalurgických tavenin. Systém SUBLANCE byl vynalezen společností Nippon Steel Corporation a svou cenou a kvalitou se řadí mezi špičku plně automatizovaného způsobu odběru vzorku metalurgických tavenin [19].

Automat SUBLANCE je v TŽ, a.s. používán pro odběr vzorku oceli na zařízení kyslíkového konvertoru. Celý automat je nainstalován ve 4. patře nad konvertorem, což představuje nejvhodnější pozici pro ponor do agregátu. Tímto způsobem se odebírají vzorky pro zjištění chemického složení taveniny, měří se teplota taveniny, aktivita a obsah kyslíku v tavenině.

Ponořovací zařízení SUBLANCE se skládá ze čtyř zásobníků sond, manipulátoru pro usazování sond a stahování použitých (vadných) sond a vlastního ponořovacího zařízení s vnitřním vedením napojeným na vyhodnocovací jednotku Multi-Lab TOC. Celé zařízení umožňuje pracovat ve třech režimech provozu, a to:

- *v počítačovém režimu (tento režim je určen pouze pro dynamický model řízení procesu),*
- *v automatickém režimu (tento režim je ovládaný z pultu operátora),*
- *v ručním režimu (tento režim je ovládaný z místa zařízení a používá se zejména při zablokování automatu nebo při opravách).*

Hloubku zanoření sondy volí operátor konvertoru dle údajů o výšce hladiny oceli v konvertoru tak, aby nebyl překročen maximální ponor 800 mm pod hladinu oceli [19].

Skladování sond, jejich nasazení a odstranění z nosné tyče a výdej z kontejneru se nachází v horní části automatické nabíječky sond. Výdejní kontejner se skládá ze čtyř komor a každá obsahuje 25 sond. Sondy jsou vypouštěny z dávkovače, převezeny na sklopné rameno, kde jsou nasazeny a poté následuje ponor do taveniny. Po provedení měřicího cyklu se vyhořelá sonda automaticky sundá a nová se nasadí při dalším měřícím cyklu. Po automatickém odebrání vzorku a odstranění sondy z tyče následuje vytažení vzorku ze sondy a odeslání do laboratoře potrubní poštou. Standardně se analýzou vzorku zjišťují tyto chemické prvky obsažené v oceli: C, Mn, Si, P, S, Cu, Cr, Ni, Al, Mo, W, V, Ti, Co, Sn. Moderní přístroje jsou schopny detekovat mnohem širší spektrum prvků. Širší spektrum analýzy prvků je provedeno dle potřeby a požadavku provozu [19].

4 ZHODNOCENÍ POUŽÍVANÝCH METOD ODBĚRŮ A ANALÝZ VZORKŮ

Na základě předcházejících kapitol, kde jsou popsány jednotlivé metody měření, se tato kapitola věnuje zhodnocení jednotlivých způsobů měření a odběru vzorků. Různé metody odběru vzorků s sebou přinášejí řadu specifik, která se projevují na kvalitě, rychlosti odběru a od toho odvíjející finální výsledky.

4.1 Zhodnocení metod odběru vzorku

První metodou byl ruční *odběr ponornou sondou*, který je principiálně jednoduchý, finančně dostupný a poskytuje reprezentativní vzorek, ze kterého lze udělat chemickou analýzu. Přesto se mohou vyskytnout jistá negativa. Při ponoření sondy do taveniny může dojít k poškození sondy prudkým průrazem přes strusku do taveniny nebo k nedokonalému nasazení sondy a jejímu nenadálému sklouznutí z měřicí tyče. Celý proces ručního odběru sondou vyžaduje praxi pracovníka, který odběr provádí.

Ruční odběr do kokilky je také technicky jednoduchou metodou, kterou je možno provádět odběr taveniny téměř na všech stanovištích výroby. Slabou stránkou je metoda provedení odběru, protože při ponoření lžíce do taveniny dochází k porušení rovnováhy v tavenině a během nabírání a přelévání často dochází ke styku oceli se vzduchem a tím k možným ztrátám některých složek (zejména uhlíku). Neopatrností a nezkušeností dochází ke vniknutí strusky do vzorku a vzorku a tím jeho znehodnocení [18].

Poloautomatický odběr vzorků ponornými sondami zaručuje získání čistého vzorku tekuté oceli bez přístupu vzduchu, proto zde nemůže dojít k žádným ztrátám složek (jako např. uhlíku a dalších prvků) chemickou reakcí - oxidací. Vzorky takto odebrané jsou reprezentativnější než vzorky získané ručním odběrem lžící. Obrovskou výhodou je rychlost získání vzorku, které nejsou znečištěny struskou a také možnost použití manipulátorů. Nevýhodou je fakt, že zatím není z technických důvodů možno instalovat kompletní automatické zařízení na všech stanovištích výroby. Poloautomat sice usnadňuje odběr tím, že úkon ponoření a vynoření je prováděn automatem, ale bez asistence člověka je nepoužitelný.

Nejdokonalejší způsob je *automatický odběr vzorků*, který svou rychlostí a přesností dává základ poloautomatickému odběru, ale fakt, že vše probíhá na základě úkonů z řídicího centra a není zde potřeba asistence člověka, poukazuje na možnost, kterou je možné se do budoucna ubírat. Otázkou zůstává, do jaké míry bude v budoucnu modernizovaná výroba včetně případného zakoupení a instalace automatů pro odběr vzorku na jednotlivých

výrobních agregátech v TŽ, a.s. Problémem může být současný stav nevhodně umístěných jednotlivých výrobních agregátů pro instalaci automatického odběru z toho důvodu, že při výstavbě nebyl brán ohled na možnost instalace tohoto zařízení. Několikaletá praxe ukazuje, že celý proces odběru bude nutno v budoucnu modernizovat automatickými zařízeními [19].

4.2 Zhodnocení metod měření

Měření teploty vícepásmovými optickými pyrometry přináší výhody zejména díky principu zpracování signálu, robustní konstrukci, prostorově řešenému oddělení optické hlavy a elektronické části umožňují pyrometr trvale využívat i v tak náročných provozech, jako jsou provozy sléváren, oceláren a vysokých pecí. Principiální výhodou přístroje je měření v krátkovlnné oblasti spektra, které není negativně ovlivněno tepelným vyzařováním okolních teplých objektů (např. stěny pece, žlabu apod.). Princip zpracování signálu a algoritmu výpočtu teploty dovoluje použít pyrometry i v případech, kdy jednokanálové a dvoukanálové pyrometry nedávají spolehlivé výsledky nebo zcela selhávají. Umožňuje měření pohybujících se nebo nestabilních objektů - roztavené, tekoucí kovy a jiné látky, dále měření, kdy se na povrchu měřeného objektu vyskytují povlaky nebo ostrůvky látky s jinou teplotou a emisivitou (např. struska, různé povlaky, atd.). Tyto pyrometry umožňují také měření, které je silně ovlivněno měnicím se prostředím mezi měřeným objektem a pyrometrem, např. dým, prach, odletující žhavé okuje, silné znečištění okna, částečné zakrytí zorného pole, intenzivní zdroje světla apod. Přesnost stanovení teploty je $\pm 5^{\circ}\text{C}$ [4].

Měření teploty ponornými sondami v hutním průmyslu patří v dnešní době ke kombinovaným způsobům měření teploty, kdy jsou použity termočlánky v kombinaci s vhodným hardwarem a vyhodnocovacím digitálním přístrojem pro měření teploty. Měření je jednoduché a nevyžaduje žádné speciální dovednosti. Výsledná teplota je získána v krátkém časovém intervalu (cca 6 vteřin) s přesností v řádu 0°C až $+3^{\circ}\text{C}$ [2].

Pro automatizované měření obsahu plynu – vodíku a dusíku v tavenině jsou popsány měřicí principy přístrojů HYDRIS pro vodík, NITRIS a LECO pro dusík. Měření je prováděno pomocí inertního plynu – dusíku a argonu. Rychlost, automatické zpracování i vyhodnocení je hlavní předností přístrojů HYDRIS a NITRIS. Vzhledem ke složitosti použité elektroniky a automatickému provozu je jakákoli porucha zásahem do celého procesu měření a její oprava a údržba je finančně velice nákladná.

Senzorový systém pro měření dusíku NITRIS používá měřicí techniku podobnou přístroji HYDRIS, ale senzory a instrumentální hardware se poněkud liší. NITRIS nachází

uplatnění tam, kde je třeba znát rychle obsah dusíku, ale tento způsob je finančně nákladný. V porovnání s metodou LECO je NITRIS mnohem rychlejší – doba analýzy vzorku se pohybuje okolo 2 minut, zatímco LECO potřebuje 15 minut k tomu, aby byl stanoven obsah dusíku. Pořizovací cena přístroje je v porovnání s analyzátozem LECO prováděným v laboratoři podstatně vyšší a cena jedné zkoušky přístrojem NITRIS je nákladově čtyřikrát dražší než analyzátozem LECO. Další nevýhodou měření přístrojem NITRIS je nutnost dodržení správného postupu měření a jakákoliv chyba při nesprávné metodě odběru prakticky ovlivňuje výsledek měření. Problémy nastávají, když se sonda narazí na ponornou tyč, čímž může dojít ke spálení konce měřicí tyče. Ponor by se měl provádět pouze do taveniny, nikoliv do strusky, čímž může dojít ke spálení konce měřicí tyče nebo dokonce ke zlomení. Ponor by se měl provádět ve svislé poloze, nikoliv ve sklonu od vertikály apod. [9, 10].

Při stanovování obsahu kyslíku metodou ručního odběru do kokilky je nevýhodou ovlivnění tekutého kovu okolní atmosférou právě v okamžiku přelévání z naběračky do kokilky. Tento negativní vliv se projeví nejen na vlastních hodnotách obsahu kyslíku, které jsou cca o 10 ppm vyšší, ale i na větším rozptylu výsledků, který je do jisté míry měřítkem kvality odebraného vzorku. Zhoršující se kvalita povrchu kokilky v průběhu její životnosti má rovněž negativní vliv na výsledky analýz, přičemž se navíc zvyšuje pracnost při přípravě jednotlivých vzorků. Nevýhody předchozího způsobu vzorkování řeší metoda T.O.S. Odebírání vzorku přístrojem T.O.S. poskytuje v porovnání s klasickým způsobem vyšší kvalitu díky nulové kontaminaci vzorku struskou a jinými nečistotami. Odběr je realizován inertním plynem – argonem, což zajišťuje, že vzorek neobsahuje dutiny a není zoxidován. Ponorná sonda je chráněna proti rozstříku a umožňuje jednoduché vyjmutí vzorku. Plná automatizace je zárukou vysoké kvality pro jednoduchou a rychlou přípravu vzorku pro analýzu v laboratoři [14].

4.3 Zhodnocení vzorkovačů

Ponorné sondy díky své jednoduché skladbě a schopnosti měřit zároveň teplotu, odebírat vzorek a měřit aktivitu kyslíku zrychlují a zkvalitňují celý proces výroby zejména ve fázi prováděné průběžné kontroly kvality začínající tavbou a finálním výrobkem končící. Vzhledem k požadavkům na jednotlivé parametry lze tyto sondy použít samostatně nebo kombinovaně. Vysoké požadavky a moderní trend jsou zachyceny již při primární konstrukci vzorkovače a tím je zaručen jednodušší, rychlejší a kvalitnější odběr vzorku. Tomuto jistě

odpovídá pořizovací cena, která není nízká, ale bez této investice by celý proces nemohl fungovat [2].

Pro přesné měření teploty taveniny je nutná vysoká kvalita nejen měřících sond, ale celého měřicího řetězce. Ten je tvořen měřicí sondou, měřicí tyčí, která je opatřena kompenzačním vedením a kompenzovaným konektorem zajišťujícím bezvadné spojení se sondou, propojovacím kompenzačním kabelem a měřicím přístrojem, který je schopen velice přesný signál ze sondy vyhodnotit. Nachází-li se v tomto měřicím řetězci jakákoliv chyba, je celé měření do jisté míry znehodnoceno [3].

5 ZÁVĚR

Bakalářská práce je zaměřena na posouzení moderních metod měření a odběr vzorků metalurgických tavenin. V práci jsou popsány vybrané způsoby odběru vzorku a některé metody měření používané při výrobě oceli na kyslíkové konvertorové ocelárně v TŽ, a.s.

V první části je stručně charakterizován provoz výroby oceli a její výrobní agregáty, což je vizuálně zakresleno na schématu výroby. V rámci popisu výrobního toku jsou uvedeny i způsoby odběru vzorků a měření. Ve druhé části jsou popsány vybrané metody určování fyzikálních a chemických vlastností tavenin, jako je teplota, obsah plynů a chemická analýza. V další části jsou podrobně popsány způsoby odběru vzorku, které vedou k získání reprezentativního vzorku určeného pro chemickou analýzu. Celý proces je následně shrnut do zhodnocení používaných metod odběru a analýz vzorků. Z jednotlivých částí lze vyvodit následující závěry:

1. Ruční způsob odběru vzorku v procesu výroby je v porovnání s poloautomatickým odběrem nedokonalý, pomalý a nepřesný. Z hlediska bezpečnosti a ochrany zdraví je rovněž nebezpečný z důvodu možného vzniku úrazu a poškození zdraví pracovníků při provádění odběru. Nejlepší variantou se tedy jeví odběr vzorku automaticky, což s sebou nese výhodu v rychlosti a přesnosti, ale na druhé straně větší náklady při výrobě, což z hlediska ekonomického není ideální řešení. Pro získání lepšího přehledu zde uvedených typů odběrů vzorků by bylo nutno provést určitý počet odběrů vzorků a také měření v laboratoři, což by vedlo k jednoznačnému zhodnocení z hlediska kvality a výběru nejvhodnějšího typu.
2. Měření teploty je v dnešní době prováděno moderními způsoby, které jsou vyvíjeny již delší dobu a neustále zdokonalovány. Ponorné sondy měřící teplotu se jeví jako varianta, kterou se v ocelářském průmyslu dá ubírat do budoucna z důvodu jednoduchosti a možnosti současného měření teploty a odběru vzorku, což je v konečném měřítku zrychlení a usnadnění v celém výrobním procesu.
3. Při měření obsahu plynu jsou v této práci uvedeny systémy pracující na podobném principu, což je uvedeno pouze jako příklad z celé řady možností chemické analýzy. Tyto principy jsou dokonalé, ale potřeba rychlosti znát požadované výsledky je již dlouhou dobu plněna laboratorními metodami stanovování jednotlivých prvků moderními přístroji v laboratoři. Vzhledem k úzkému profilu představených metod a bez praktického výsledku není možné jasně stanovit nejvhodnější variantu.

4. Hodnocení vzorkovačů bez praktických poznatků z provozu a bez možnosti srovnání lze pouze konstatovat, že metoda odběru ponornými vzorkovači je dokonalá zejména z důvodu rychlosti, čistoty a přesnosti. Kombinace možnosti měření teploty a odběru vzorku otevírá novou kapitolu v praktickém užití v procesu výroby.

Na závěr, lze konstatovat, že moderní metody měření a odběry vzorku metalurgických tavenin lze rozebrat z mnoha hledisek. Jedná se o cyklus procesů a úkonů, které je třeba zkoordinovat tak, aby z hlediska ekonomického to bylo co nejvýhodnější a z hlediska kvality co nejlepší. Teoreticky se dá vytvořit model ideálního procesu výroby s nejmodernějšími systémy dnešní doby, ale v praxi je nutno se ohlížet na možnosti z hlediska technického a ekonomického.

LITERATURA

- [1] PINDOR, J. Technologie výroby speciálních ocelí s vysokými požadavky na jejich čistotu v podmínkách TŽ, a.s. – přednáška. *Čistota a užité vlastnosti oceli*, VŠB-TU Ostrava, 2009
- [2] *Temperature measurement in liquid metal*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <http://heraeus-electro-nite.com/media/webmedia_local/media/downloads/steel_2/temperaturecontrol/temperature_wvdp_2000.pdf>.
- [3] *Určování fyzikálních a chemických vlastností tavenin kovů*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=28660>
- [4] *Inteligentní vícepásmové optické pyrometry řady OP – 400*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <http://www.prague-precision.com/op_cz.htm>.
- [5] *Teplota*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <<http://valter.byl.cz/sites/default/files/cidla.pdf>>.
- [6] NUTIL, J.; ČECH, V. *Měření v hutním průmyslu*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1982. 320 s.
- [7] *Internetové stránky společnosti TERMOSONDY Kladno spol. s.r.o.*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <<http://www.termosondy.cz/vyroba.html>>.
- [8] HYDRIS applications in modern steel making. *Uživatelská příručka HYDRIS*. 2000.
- [9] BOCKOVÁ, M. Stanovení obsahu dusíku - prezentace. *Školení pracovníků*, Třinecké železářny, a.s., Třinec, 2003.
- [10] NITRIS applications in modern steel making. *Uživatelská příručka NITRIS*. 1998.
- [11] *Direct measurement of nitrogen in liquid steel*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <http://heraeus-electro-nite.com/media/webmedia_local/media/downloads/steel_2/hydrogenandnitrogen/nitris_1995.pdf>.
- [12] Analyzátor pro stanovení dusíku a kyslíku. *Návod k obsluze a údržbě*. 1998.
- [13] Instruction and operating manual Total Oxygen Sampler. *Uživatelská příručka T.O.S.* březen 1997.
- [14] FILA, P.; BALCAR, M. et. al. Vliv způsobu odběru vzorku tekuté oceli na obsah kyslíku. In *17. mezinárodní konference metalurgie a materiálů METAL 2008*. Hradec nad Moravicí, Tanger, s.r.o., 2008, s. 29. ISBN 978-80-254-1987-8.

-
- [15] *Internetové stránky společnosti MINKON Sampler Technik GmbH*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <<http://www.minkon.de/content.php?seite=seiten/produkte.php&rubrik=1#prod>>.
- [16] *Samp-O-Line, propagační materiál Hereaus Electro-Nite*.
- [17] CHMIEL, B. *Odběr předzkoušek a tavbových vzorků*. Technologický předpis ZTP E4-93-06. Třinecké železářny, a.s., Třinec, 1993, 21 s.
- [18] KRČKOVÁ, M. Odběr a příprava vzorků ocelí pro optickou emisní spektrometrii. *HUTNICKÉ LISTY*. 1990, č. 8, s. 581-584.
- [19] *Sublance Equipment*, poslední revize 12.5.2011. Dostupný z WWW: <<http://sublance-probes.com/sublance.html>>.